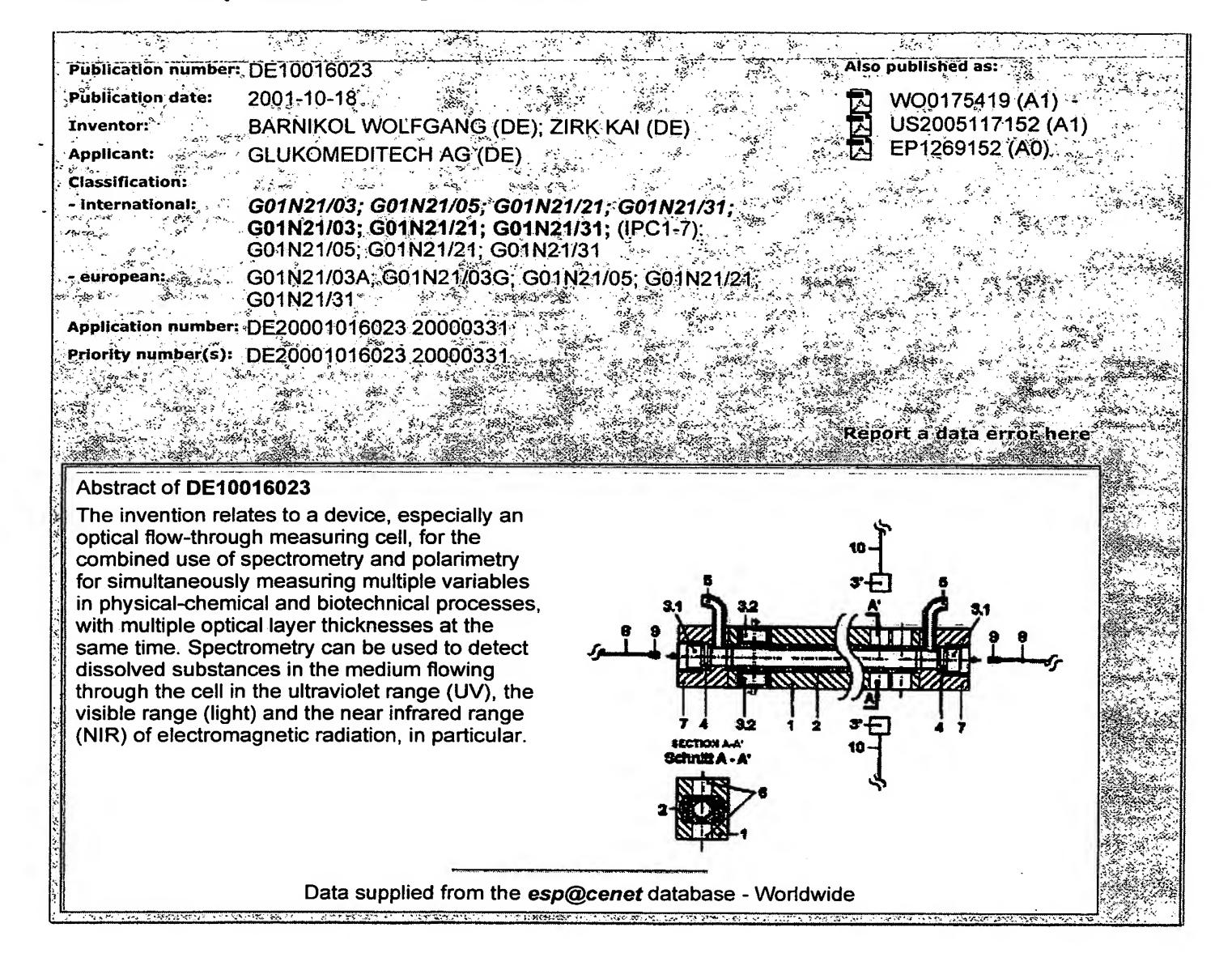
## Optical device for simultaneous multiple measurement using polarimetry and spectrometry and method for regulating/monitoring physical-chemical and biotechnical processes using said device



THIS PAGE BLANK (USPTO)



US 20050117152A1

### (19) United States

### (12) Patent Application Publication (10) Pub. No.: US: 2005/01/17/1527A1

Barnikol et al.

(43) Pub. Date:

Jun. 2, 2005

- (54) OPTICAL DEVICE FOR SIMULTANEOUS MULTIPLE MEASUREMENT USING POLARIMETRY AND SPECTROMETRY AND METHOD FOR REGULATING/MONITORING PHYSICAL-CHEMICAL AND **BIOTECHNICAL PROCESSES USING SAID DEVICE**
- Inventors: Wolfgang Barnikol, Mainz (DE); Kai Zirk, Wildflicken (DE)

Correspondence Address: **BANNER & WITCOFF** 1001 G STREET N W **SUITE 1100** WASHINGTON, DC 20001 (US)

Appl. No.: (21)

10/240,165

PCT Filed:

Feb. 22, 2001

(86) PCT No.:

PCT/EP01/02009

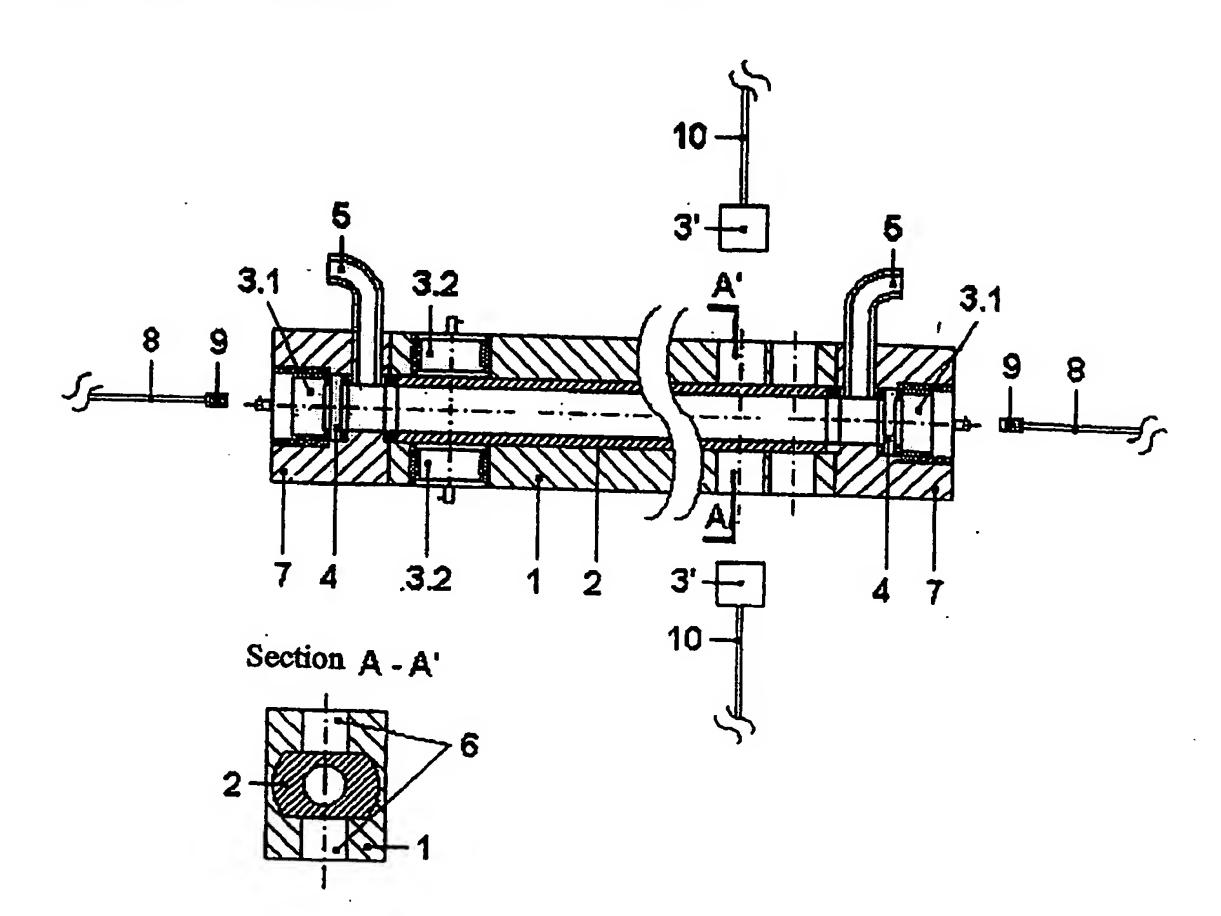
#### Foreign Application Priority Data (30)

Mar. 31, 2000 (DE) 10016023.9

#### **Publication Classification**

#### **ABSTRACT** (57)

The invention relates to a device, especially an optical flow-through measuring cell, for the combined use of spectrometry and polarimetry for simultaneously measuring multiple variables in physical-chemical and biotechnical processes, with multiple optical layer thicknesses at the same time. Spectrometry can be used to detect dissolved substances in the medium flowing through the cell in the ultraviolet range (UV), the visible range (light) and the near infrared range (NIR) of electromagnetic radiation, in particular.



HIS PAGE BLANK (USPTO)



#### **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**



#### **DEUTSCHES** PATENT- UND **MARKENAMT**

## Patentschrift

<sup>®</sup> DE 100 16 023 C 2

(21) Aktenzeichen: 100 16 023.9-52 22 Anmeldetag: 31. 3. 2000

(43) Offenlegungstag: 18. 10. 2001

(45) Veröffentlichungstag der Patenterteilung: 30. 1. 2003 (f) Int. Cl.<sup>7</sup>: G 01 N 21/05 G 01 N 21/21 G 01 N 21/31

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

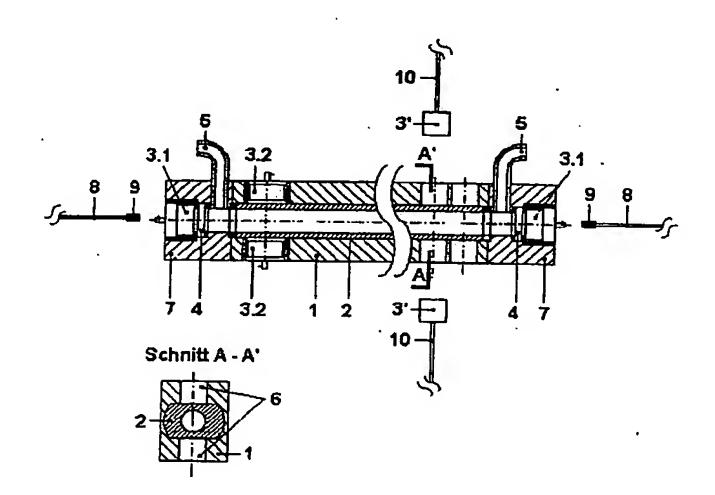
- (3) Patentinhaber: GlukoMediTech AG, 58455 Witten, DE
- (4) Vertreter: Hansmann & Vogeser, 60313 Frankfurt
- (72) Erfinder: Barnikol, Wolfgang, Prof. Dr., 55128 Mainz, DE; Zirk, Kai, Dipl.-Ing. (FH), 97772 Wildflecken, DE
- 56 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

DE	199 11 265 A1
DE	44 29 846 A1
DE	44 07 332 A1
DE	41 40 414 A1
DE	41 28 458 A1
DE	40 24 420 A1
DE	40 18 844 A1
DE	38 28 618 A1

14
<b>J</b> 1
J1
2
1
2

Rev. Sci. Instrum. 62 (1991) S.2751-2764; Analytical Chemistry 68 (1996) S.3045-3049;

- (A) Durchfluss-Messküvette und deren Verwendung
- Durchfluss-Messküvette mit einem länglichen Messkörper (2) und einem Grundkörper (1), der den Messkörper (2) in Längsrichtung umgibt, wobei Teile des Grundkörpers (1, 7) mit einem Einlass- und einem Auslassstutzen (5) für die zu messende Flüssigkeit versehen sind, wobei an den beiden Längsenden des Grundkörpers (1) flüssigkeitsdichte Führungen (17) für einen oder mehrere Stäbe (18) und wobei flüssigkeitsdichte Führungen (15) für einen oder mehrere Stäbe (16) in Querrichtung im Grundkörper (1) und im Messkörper (2) angeordnet sind, wodurch eine stufenlose Veränderung der optischen Weglängen in Längs- und Querrichtung ermöglicht ist.





1

#### Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine Durchfluss-Messküvette für die kombinierte Benutzung der Spektrometrie und der Polarimetrie zur gleichzeitigen Bestimmung mehrerer 5 Messgrößen bei physikalisch-chemischen und biotechnischen Prozessen. Die Spektrometrie ist insbesondere im Ultraviolett-Bereich (UV), sichtbaren-Bereich (Licht) und nahen Infrarot-Bereich (NIR) der elektromagnetischen Strahlung zur Detektion von gelösten Substanzen in durchfließen- 10 dem Medium möglich.

[0002] Bei der Überwachung und Regelung physikalischchemischer und biotechnischer Prozesse, beispielsweise in der Chemie, Pharmazie, Biotechnologie, Umwelttechnik und der Medizin, müssen häufig Eigenschaften von Substanzen in Lösung kontinuierlich und ohne zeitliche Verzögerung quantitativ erfasst werden; zu bestimmende oder zu erfassende Messgrößen können u. a. die Konzentration und/ oder die optische Aktivität sein.

[0003] Sowohl in der chemischen Analytik, als auch der 20 Prozessregelung wie beispielsweise chemische Umsetzung und die Regelung der biologischen Vorgänge in Bioreaktoren müssen häufig Eigenschaften von Substanzen in Lösung (beispielsweise die Konzentration und/oder die optische Aktivität) kontinuierlich und ohne zeitliche Verzögerung quan- 25 titativ erfasst werden. Eine prinzipielle Möglichkeit der technischen Ausgestaltung solcher Messaufgaben besteht in der kontinuierlichen Entnahme und Rückführung von Messgut sowie einer Messung in dem erzeugten "Nebenstrom-" oder "Mess-Kreislauf" mit den optischen Analyseverfahren 30 in Durchflussküvetten. Bei gewissen analytischen Verfahren, beispielsweise chromatographischen, die stets mit optisch klaren Medien arbeiten, kann auch eine Messung im gesamten Flüssigkeitsmedium, also im Hauptstrom (hier dem Eluat), zwingend werden. Optische Messgeräte, die 35 Durchflussküvetten enthalten, sowie modulare Durchflussküvetten für optische Messungen sind seit langem bekannt und existieren in großer Anzahl mit unterschiedlicher Ausgestaltung. Allerdings sind diese Durchflussküvetten überwiegend für eine einzige spezielle Messaufgabe konzipiert, 40 so dass eine Kombination verschiedener Messverfahren dann notwendigerweise in einer Hintereinander-Schaltung verschiedener Messgeräte oder Messaufbauten besteht. Dadurch ist es nicht möglich, gleichzeitige Messungen verschiedener Messgrössen in derselben Probe durchzuführen. 45 Außerdem werden Flüssigkeitsinkremente in den jeweiligen Mess-Strecken meist deutlich miteinander vermischt, dies führt beispielsweise zu einer Verminderung der Trennschärfe analytischer Verfahren. Eine Summation solcher Effekte durch Addition mehrerer Mess-Strecken ist daher sehr 50 unvorteilhaft. Ein weiteres Problem kann sich ergeben, wenn der Nebenstrom aus einer sterilen Flüssigkeit (beispielsweise aus einem Bioreaktor) besteht: Je mehr mechanische Verbindungen im Messkreislauf existieren, um so größer ist die Gefahr einer bakteriellen Kontamination.

[0004] Darüber hinaus wäre es von Vorteil, wenn einerseits die Messküvette und andererseits das Mess-System (Elektronik, Strahlungsquellen, Detektoren usw.) räumlich von einander getrennt angeordnet sind, damit die Möglichkeit besteht, auch in explosionsgefährdeten und/oder in unter starkem elektromagnetischen Einfluss stehenden Bereichen bei verschieden einstellbaren Temperaturen und bei in der Küvette herrschenden Überdruck messen zu können.

[0005] Die DE 199 11 265 A1 beschreibt eine Vorrichtung unter Anwendung von Polarimetrie und IR-Spektrome- 65 trie, allerdings speziell auf die Messung der Glukosekonzentration in Gewebeslüssigkeiten ausgerichtet, wobei jedoch keine gleichzeitige Messung verschiedener Messgrö-

2

ßen in einem weiten spektrometrischen und polarimetrischen Bereich möglich ist.

[0006] Aus der DE 40 24 420 A1 ist eine Messeinrichtung bekannt, bei der eine durchströmbare Küvette in die Küvette hineinragende, gegebenenfalls verschiebbare Lichtwellenleiter aufweist. Eine Gestaltung mit mehreren Lichtwellenleitern in mehr als einer Richtung wird dort weder beschrieben oder nahegelegt.

[0007] Aus der US 5,268,736 ist eine Vorrichtung für spektrometrische Messungen bekannt, bei der die optische Weglänge des Messlichts dadurch verändert wird, dass die Messlinse mit einem Pumpenkolben verbunden ist, der für den Durchfluss des zu messenden Mediums sorgt. Die Veränderung der optischen Weglänge folgt zyklisch der Bewegung des Pumpenkolbens, erlaubt aber nicht eine Messung bei einer einstellbaren bestimmten einzelnen optischen Weglänge.

[0008] Aus der DE 40 18 844 A1 ist eine faseroptische Durchflussmessvorrichtung bekannt, bei der die optische Weglänge einer einzigen in der optischen Achse der Messzelle angeordneten Messeinrichtung verändert werden kann. Auch hier ist nur eine Richtung der Messeinrichtung offe bart.

[0009] Aufgabe vorliegender Erfindung ist daher die Entwicklung einer Durchflussküvette für kombinierte optische Messungen in flüssigem Messgut mittels Spektrometrie und Polarimetrie, die quantitative Messungen praktisch ohne zeitliche Verzögerung erlaubt. Die Durchflussküvette zusammen mit den notwendigerweise mit ihr verbundenen Aufbauelementen einerseits sowie das Mess-System (Elektronik, Strahlungsquellen, Detektoren usw.) andererseits sollen bevorzugt räumlich getrennt voneinander angeordnet sein. Als spektrometrisches Messverfahren sollen die sogenannte UV-Spektrometrie (Wellenlängenbereich (Δλ): von 0,2 bis 0,4 µm, UV: Ultraviolett-Strahlung), die Licht-Spektrometrie (Wellenlängenbereich ( $\Delta\lambda$ ): von 0,4 bis 0,8  $\mu m$ ) und die NIR-Spektrometrie (Wellenlängenbereich ( $\Delta\lambda$ ): von 0,8 bis 2,5 μm, NIR: Nahe Infrarot-Strahlung) anwendbar sein, und zwar Messungen in wahlweise einer, zwei oder auch allen drei Wellenlängenbereichen gleichzeitig und/ oder Messungen bei mehreren Wellenlängen in einem oder allen genannten Wellenlängenbereichen. Dabei soll es möglich sein, unterschiedliche optische Weglängen (Schichtdik ken) quasi stufenlos einzustellen. Die Polarimetrie soll bevorzugt mit Licht, zumindest mit zwei verschiedenen optischen Weglängen, ohne die Küvette umbauen zu müssen. durchführbar sein. Außerdem sollte die Möglichkeit bestehen, die Küvette zu temperieren und in Überdruckbetrieb zu verwenden.

[0010] Die oben genannte Aufgabe wird durch eine Küvette gemäß den Merkmalen des Anspruchs 1 gelöst. Vorteilhafte Ausführungsformen sind in den Unteransprüchen und den Zeichnungen angegeben.

[0011] Die Küvette ist vorzugsweise länglich und mit optischen Einrichtungen zum Führen von Messlichtstrahlen für die Polarimetrie versehen. Ein Messlichtstrahl kann längs, und ein weiterer Messlicht-Strahl quer durch die Küvette verlaufen. Bevorzugt ist die Kombination von Längsund Queranordnung der polarimetrischen Mess-Strahlen.
60 Das Verhältnis der optischen Weglängen der Mess-Strahlen ist dann abhängig von den Dimensionen des Grundkörpers der Küvette, nämlich des Durchmessers (insbesondere des Innendurchmessers der Küvette) im Verhältnis zur Länge, und beträgt 1:1 bis 1:50, vorzugsweise mehr als 1:1, insbesondere 1:2 bis 1:40 bzw. 1:11 bis 1:30 und ganz besonders bevorzugt 1:2 bis 1:10, insbesondere 1:10. Aufgrund des gewählten Unterschieds der optischen Weglängen können gelöste, optisch aktive Substanzen in einem großen

Konzentrationsbereich in ein und derselben Küvette gemessen werden. Alle optischen Einrichtungen, die für die polarimetrische Analyse verwendet werden, verändern den Polarisationszustand des Messlichtes nicht.

[0012] Die optischen Einrichtungen für die spektrometrische Messung können zusammen mit der o. g. Kombination der polarimetrischen Einrichtungen, z. B. quer zur Grundkörperachse, über geeignete Adapteraufnehmer vorhanden sein, die die Mess-Strecken für die spektrometrischen Messungen festlegen. Deren optische Weglängen (Schichtdicke) 10 sind bei dieser Ausgestaltung somit gleich dem Innendurchmesser des Grundkörpers.

[0013] Die polarimetrische(n) Einrichtung(en) und die spektrometrische(n) Einrichtung(en) sind ferner in Querrichtung zum Grundkörper angeordnet, z. B. wenn AuslassStutzen in Längsrichtung vorhanden sind. Die optischen Einrichtungen sind über Führungen mit Glasstäben an Adapteraufnehmern angeordnet. Dadurch wird die Zahl der möglichen optischen Weglängen entsprechend erhöht. Dann ist die optische(n) Einrichtung(en) für die Polarimetrie in 20 Querrichtung zum Grundkörper angeordnet. Somit ist die Anordnung der optischen Einrichtungen variabel und kann je nach Anwendungsbedarf gestaltet werden.

[0014] Die Vorrichtung kann Küvetten-Fenster aufweisen, welche insbesondere aus strahlungs-durchlässigem Material 25 bestehen, beispielsweise aus Quarz, das eine gute optische Durchlässigkeit für einen großen Bereich – von UV bis NIR – elektromagnetischer Strahlen besitzt. Die Strahlenein- und auskopplung kann über Leiter, insbesondere Faseroptiken realisiert werden, wobei für die polarimetrische Analyse bevorzugt polarisationserhaltende Lichtleiter und für die spektrometrische Analyse Faseroptiken aus Quarz eingesetzt werden. Somit kann insbesondere eine räumliche Trennung des Signalaufnahme- und Signalverarbeitungssystems von der Küvette erzielt werden.

[0015] Die Küvette für spektrometrische und polarimetrische optische Messungen in flüssigem Messgut umfasst somit einen Grundkörper, ein Mess-System und optische Einrichtungen, wobei eine optische Einrichtung zum Führen des polarimetrischen Messlichtes in Längsrichtung zum 40 Grundkörper und eine optische Einrichtung zum Führen des polarimetrischen Messlichtes in Querrichtung zum Grundkörper, sowie eine oder mehrere weitere optische Einrichtungen zum Führen von spektrometrischen Mess-Strahlen in Längs- und Querrichtung zum Grundkörper angeordnet 45 sind.

[0016] Eine optische Einrichtung umfasst dabei zwei gleiche Teile, welche jeweils beispielsweise einen Kollimator und/oder Fokussierer und/oder optisches Neutralfilter und/oder optisches Interferenzfilter und/oder Polarisator aufweisen. Dieses sind für optische Einrichtungen bekannte Vorrichtungen, wie sie z. B. in NAUMANN SCHRÖDER, Bauelemente der Optik beschrieben sind.

[0017] Das Mess-System umfasst insbesondere die Elektronik, Strahlungsquellen, Signalverarbeitungssysteme und 55 Detektoren.

[0018] Bevorzugt sind die optischen Einrichtungen mit dem Mess-System über Leiter, insbesondere über polarisationserhaltende Lichtleiter für die Polarimetrie und über Faseroptiken für die Spektrometrie verbunden. Damit wird 60 eine räumliche Trennung von Mess-System und Grundkörper mit den dadurch bedingten Vorteilen erzielt.

[0019] Es ist weiterhin bevorzugt, dass der Grundkörper einen Messkörper, insbesondere einen rohrförmigen Profil-Messkörper, vorzugsweise aus messstrahlungsdurchlässi- 65 gem Material, vorzugsweise aus Quarz enthält. Alternativ kann auch ein Glasrohr gewählt werden.

[0020] Der Messkörper, insbesondere der rohrförnige Pro-

fil-Messkörper kann einen runden Querschnitt mit zwei an den Außenseiten in Längsrichtung planparallelen Flächen oder einen quadratischen Querschnitt oder eine andere geeignete Form wie z. B. ein Vieleck aufweisen.

[0021] Zusätzlich zu den flüssigkeitsdichten Führungen (siehe unten) können die optischen Einrichtungen für die spektrometrischen Einrichtungen über Adapteraufnehmer angeordnet sein. Die Adapteraufnehmer stellen dabei beispielsweise Führungs-Buchsen mit zylindrischem Querschnitt dar. Die Anzahl der optischen Einrichtungen ist von der Dimension des Grundkörpers, insbesondere dessen Länge, abhängig.

[0022] Es ist bevorzugt, dass der oder die Adapteraufnehmer parallel zu den Flächennormalen der planparallen Flächen des Messkörpers oder des quadratischen Messkörpers angeordnet sind.

[0023] Die Adapteraufnehmer für die Aufnahme der spektrometrischen Messstrahlen sind über Glasstäbe in Führungen ausgebildet, wobei die Stäbe aus messstrahlungsdurchlässigem Material wie z. B. Quarz, bestehen. Damit ist bei dieser Anordnung in Querrichtung des Grundkörpers die optische Weglänge (Schichtdicke d) im Bereich 0 mm bis Innendurchmesser des Grundkörpers für die spektrometrische Messung stufenlos veränderbar. Insbesondere sind die Führungen flüssigkeitsdicht und die Glasstäbe tragen an einem Ende die Adapteraufnehmer und ragen am anderen Ende in das Messrohr hinein.

[0024] Bei der Durchfluss-Messküvette können der Grundkörper und der Messkörper zusammen als wechselseitig austauschbares Modul ausgebildet sein. Die Module sind zweckmäßigerweise unterschiedlicher Länge, so dass unterschiedliche optische Weglängen für die Polarimetrie in Längsrichtung möglich sind.

[0025] Es ist bevorzugt, dass die Rotationsachse der in Längsrichtung angeordneten optischen Einrichtung parallel zu den Flächennormalen der Stirnflächen des Grundkörpers angeordnet ist. Die weiteren Einrichtung sind bevorzugt quer, insbesondere senkrecht dazu angeordnet. Alternativ sind aber auch Winkel ungleich 0° (bezogen auf die Flächennormalen) möglich, soweit im Rahmen optisch-physikalisch realisierbar. Die erfindungsgemäße Vorrichtung kann optische Einrichtungen insbesondere zum Führen von spektrometrischen Mess-Strahlen im Wellenlängenbereich von UV bis NIR, und bevorzugt Einrichtungen zum Führen von polarimetrischen Mess-Strahlen im sichtbaren Spektralbereich aufweisen.

[0026] Ferner kann insbesondere der Grundkörper und der Messkörper jeweils am Ende einen Abschlusskörper aufweisen. Dieser kann vorzugsweise seitlich den Ein- oder den Auslass-Stutzen aufweisen. Alternativ können die Stutzen auch in Längsrichtung angeordnet sein. Dann sind die optischen Einrichtungen sowohl für die Polarimetrie als auch für die Spektrometrie in Querrichtung angeordnet.

[0027] Darüber hinaus können im Abschlusskörper ein oder mehrere optisches (optische) Fenster eingebracht sein, deren Rotationsachse mit der Rotationsachse des Abschlusskörpers deckungsgleich ist. Das oder die Fenster bestehen vorzugsweise aus messstrahlungs-durchlässigem Material wie z. B. Quarz.

[0028] Bevorzugt ist eine optische Einrichtung für die Polarimetrie im Abschlusskörper eingebracht, deren Rotationsachse mit der Rotationsachse des Abschlusskörpers dekkungsgleich ist.

[0029] Ferner können die Führungen mit den Stäben dekkungsgleich oder um die Rotationsachse eines Abschlusskörpers eingearbeitet sein, der am Grundkörper und am Messkörper jeweils am Ende angeordnet ist.

[0030] Diese Glasstäbe bevorzugt aus messstrahlungs-

durchlässigem Material wie z. B. Quarz und mit einer strahlungs-unurchlässigen Außenfläche gegeneinander verschiebbar. An diesen Glasstäben können wie erwähnt, Adapteraufnehmer für spektrometrische Einrichtungen angeordnet sein. Damit wird die optische Weglänge für die spektrometrische Messung in Längsrichtung stufenlos veränderbar. Bei einer solchen Anordnung ist die spektrometrische Einrichtung in Längsrichtung und ggf. in Querrichtung und die polarimetrische Einrichtung in Querrichtung zum Grundkörper vorhanden.

[0031] Es ist weiterhin bevorzugt, dass der Grundkörper und der Messkörper jeweils am Ende einen Abschlusskörper aufweisen und an der Stirnseite des Abschlusskörpers Einoder Auslassstutzen eingearbeitet sind.

[0032] Wie erwähnt ist es bevorzugt, dass die optischen 15 Einrichtungen für die Polarimetrie mittels Lichtleiter an das Mess-System gekoppelt sind. Die Lichtleiter sind vorzugsweise über Kupplungen mit der Vorrichtung verbunden.

[0033] Die optische Einrichtung für die spektrometrische Messung kann direkt mit Leitern, insbesondere Faseropti- 20 ken mit dem Mess-System verbunden sein, welche insbesondere aus messstrahlungs-durchlässigem Material wie z. B. Quarz, bestehen. Damit ist eine räumliche Trennung zwischen der Messvorrichtung und dem Mess-System möglich, welches die Elektronik, Strahlungsquellen, Signalver- 25 arbeitungssysteme und Detektoren wie z. B. ein allgemein bekanntes Polarimeter oder Spektrometer umfasst.

[0034] Besonders bevorzugt ist eine Vorrichtung, bei der der Messkörper, insbesondere der Profil-Messkörper z. B. Abmessungen von nicht mehr als einen Durchmesser von 30 15 mm, insbesondere 0,5 bis 12 mm und einer Länge von 1 bis 750 mm, insbesondere 300 mm aufweist.

[0035] Der Grundkörper der Küvette kann weiterhin mit einer oder zwei seitlichen Temperiereinheiten oder alternativ mit einem oder mehreren Temperierkanälen ausgestattet 35 sein. Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist somit insbesondere temperierbar und auch bei Überdruck anwendbar, wobei gleichzeitig Messungen wahlweise in verschiedenen Wellenlängenbereichen, insbesondere stufenlos, möglich sind.

[0036] Die Küvette eignet sich somit insbesondere zur Regelung und Überwachung sowohl physikalisch-chemischer Prozesse wie z. B. Chromatographien und Aufreinigung stereospezifischer Substanzen als auch biotechnischer Prozesse wie z. B. Bioreaktoren, indem man die Vorrichtung mit dem 45 zu überwachenden/regelnden Prozess in geeigneter Weise koppelt. Dies kann beispielsweise durch eine Prozess-Leitzentrale erfolgen.

[0037] Die Küvette wird anhand der nachfolgenden detaillierten Beschreibung der beigefügten Zeichnungen verdeut- 50 licht. Die Figuren zeigen teilweise bauliche Ausgestaltungsmöglichkeiten der Küvette, bei denen nicht alle Merkmale des Patentanspruchs 1 in allen Figuren im Einzelnen dargestellt sind. Es zeigt:

führungsform der Küvette;

[0039] Fig. 2 eine schematische Darstellung einer weiteren Ausgestaltungsmöglichkeit der Küvette;

[0040] Abb. 3 Fig. 3 eine schematische Darstellung einer weiteren Ausgestaltungsmöglichkeit der Küvette;

[0041] Fig. 4 eine schematische Darstellung einer weiteren Ausgestaltungsmöglichkeit der Küvette;

[0042] Fig. 5 eine schematische Darstellung einer weiteren Ausführungsform der Küvette;

[0043] Fig. 6 eine schematische Darstellung einer weite- 65 ren Ausführungsform der Küvette;

[0044] Fig. 7 eine schematische Darstellung einer weiteren Ausführungsform der Küvette;

[0045] Fig. 8 eine schematische Darstellung einer weiteren Ausgestaltungsmöglichkeit des Küvetten-Abschlusskörpers;

[0046] Fig. 9 eine schematische Darstellung einer weiteren Ausführungsform der Küvette.

[0047] Fig. 1 zeigt den Aufriss eines Beispiels der Durchfluss-Messküvette. Sie besteht im wesentlichen aus einem Grundkörper 1, der hier einen rohrförmigen Profil-Messkörper aus Quarz 2 umgibt. Dieser runde Messkörper besitzt an 10 den Außenseiten in Längsrichtung zwei planparallele Flächen (Schlüsselweite), deren Flächennormalen parallel zur Rotationsachse der Adapteraufnehmer 6 (Schnitt A-A') und zur Rotationsachse der optischen Einrichtungen 3.2 für die in Querrichtung durchzuführende Polarimetrie liegt. Die Anzahl der Adapteraufnehmer beträgt dabei maximal so viele, wie es die Länge des Grundkörpers zulässt. Der Grundkörper ist an den axialen Enden mit Abschlusskörpern 7 versehen. In diese sind seitlich je ein Ein- oder Auslass-Stutzen 5 eingearbeitet. Die Rotationsachse des Abschlusskörpers (Küvettenabschluss-Körper), die Rotationsachse des optischen Küvetten-Fensters 4 und die Rotationsachse der optischen Einrichtungen 3.1 für die Polarimetrie Längsrichtung sind deckungsgleich. Die Ein- oder Ausköpplung des Messlichts für die Polarimetrie geschieht über die polarisationserhaltenden Lichtleiter 8, die mittels Kupplungen 9 direkt an die Küvette angeschlossen werden können. Die Ein- oder Auskopplung der Mess-Strahlung für die Spektrometrie geschieht über Faseroptiken 10 aus Quarz, deren Enden direkt mit den optischen Einrichtungen 3' für die spektrometrischen Analyse verbunden sind, die in die Adapteraufnehmer eingeführt werden können.

[0048] Fig. 2 zeigt eine Gestaltung des Messkörpers ähnlich der in Fig. 1, bei der jedoch der Profil-Messkörper aus Quarz 11 einen quadratischen Querschnitt anstelle des zuvor beschriebenen besitzt.

[0049] Die optische Weglänge (Schichtdicke) ist hierbei über den gesamten Strahlquerschnitt konstant.

[0050] Fig. 3 zeigt eine Gestaltung ähnlich der in Fig. 1, bei der jedoch der Profil-Messkörper aus Quarz 11 einen 40 quadratischen Querschnitt besitzt und senkrecht zu den Adapteraufnehmer 6 (Schnitt A-A') in Fig. 1 weitere Adapteraufnehmer 6' für optische Einrichtungen für die spektrometrische Analyse im Grundkörper vorhanden sind. Die A zahl der Adapter, und somit die Anzahl der "Mess-"wellerlängen, kann auf diese Weise erhöht werden.

[0051] Fig. 4a zeigt eine Gestaltung ähnlich der in Fig. 1, bei der jedoch der Grundkörper mit einer Temperiereinheit 12 (z. B. Peltierelemente) einseitig oder beidseitig verbunden ist.

[0052] Fig. 4b: Anstelle der Peltierelemente können im Grundkörper Kanäle 13 verlaufen durch die ein temperiertes Medium fließt, so dass die Vorrichtung (Küvette) auf eine gewünschte Temperatur gebracht werden kann.

[0053] Fig. 5 zeigt Gestaltungen ähnlich der in Fig. 1, bei [0038] Fig. 1 eine schematische Darstellung einer Aus- 55 der jedoch Grundkörper 1 und Messkörper 2 in einem "Modul" 14 zusammengefasst, austauschbar sind und somit unterschiedliche optische Weglängen, für die Polarimetrie in Längsrichtung, realisiert werden können.

[0054] Fig. 6 zeigt eine Gestaltung ähnlich der in Fig. 1. 60 bei der jedoch die optische Weglänge (Schichtdicke d) in einem gewissen Bereich (0 mm bis Innendurchmesser des Messkörpers) quasi stufenlos veränderbar ist. Dabei sind senkrecht in den Grundkörper 1 und in den Profil-Messkörper 2, anstelle der beiden gegenüberliegenden Adapteraufnehmer 6 für optische Einrichtungen für die spektrospektrometrische Analyse, flüssigkeitsdichte Führungen 15 für Glasstäbe 16 eingearbeitet. In einer bevorzugten Ausführungsform bestehen die Stäbe aus Quarz. Die Stäbe sind mit

30

einer strahlungs-undurchlässigen Außenfläche gegeneinander verschiebbar. Am äußeren Ende jedes Stabes ist eine Adapteraufnahme 6 für die optische Einrichtung angebracht.

[0055] Fig. 7 zeigt eine Gestaltung ähnlich der in Fig. 1, 5 bei der jedoch die optische Weglänge (Schichtdicke d) für die spektrometrische Analyse in einem erweiterten Bereich (0 mm bis Länge des Messkörpers) quasi stufenlos veränderbar ist. Dabei sind in Längsrichtung des Grundkörpers 1, anstelle der beiden optischen Einrichtungen 3.1 für die Polanimetrie in Längsrichtung, flüssigkeitsdichte Führungen 17 für Glasstäbe 18 eingearbeitet. In einer bevorzugten Ausführungsform bestehen die Stäbe aus Quarz. Die Stäbe sind mit einer strahlungs-undurchlässigen Außenfläche gegeneinander verschiebbar. Am äußeren Ende jedes Stabes ist eine 15 Adapteraufnahme 6 für die optische Einrichtung für die spektrometrische Analyse angebracht.

[0056] Fig. 8 zeigt eine Gestaltung ähnlich der in Fig. 7, bei der jedoch mehrere Führungen 17 für Glasstäbe 18 eingearbeitet sind. Somit kann die Zahl der "Mess"-Wellenlän- 20 gen erhöht werden.

[0057] Fig. 9 zeigt eine Gestaltung ähnlich der in Fig. 1, bei der jedoch sowohl die optischen Einrichtungen 3.1 für die Polarimetrie in Längsrichtung, als auch die Führungen 17 für die Glasstäbe 18 (gemäß Fig. 7) fehlen. Anstelle derer 25 ist der Ein- oder Auslass-Stutzen 5, deckungsgleich mit der Rotationsachse des (Küvettenabschluss-)Körpers 7, eingearbeitet.

#### Patentansprüche

- 1. Durchfluss-Messküvette mit einem länglichen Messkörper (2) und einem Grundkörper (1), der den Messkörper (2) in Längsrichtung umgibt, wobei Teile des Grundkörpers (1, 7) mit einem Einlass- und einem 35 Auslassstutzen (5) für die zu messende Flüssigkeit versehen sind, wobei an den beiden Längsenden des Grundkörpers (1) flüssigkeitsdichte Führungen (17) für einen oder mehrere Stäbe (18) und wobei flüssigkeitsdichte Führungen (15) für einen oder mehrere Stäbe 40 (16) in Querrichtung im Grundkörper (1) und im Messkörper (2) angeordnet sind, wodurch eine stufenlose Veränderung der optischen Weglängen in Längs- und Querrichtung ermöglicht ist.
- 2. Durchfluss-Messküvette nach Anspruch 1, wobei 45 der Messkörper (2) aus messstrahlungs-durchlässigem Material besteht.
- 3. Durchfluss-Messküvette nach Anspruch 1 oder 2, wobei der Messkörper (2) einen runden Querschnitt mit zwei an den Außenseiten in Längsrichtung planpar- 50 allelen Flächen aufweist.
- 4: Durchfluss-Messküvette nach Anspruch 1 oder 2, wobei der Messkörper einen quadratischen Querschnitt (11) aufweist.
- 5. Durchfluss-Messküvette nach einem der Ansprüche 55 1-4, wobei der Grundkörper (1) Adapteraufnehmer (6, 6') aufweist.
- 6. Durchfluss-Messküvette nach einem der Ansprüche 1-5, wobei der Grundkörper (1) und der Messkörper (2) zusammen als wechselseitig austauschbares Modul 60 (14) ausgebildet sind.
- 7. Durchfluss-Messküvette nach einem der Ansprüche 1-6, wobei der Grundkörper (1) und der Messkörper (2) jeweils am Ende einen Abschlusskörper (7) aufweisen.
- 8. Durchfluss-Messküvette nach Anspruch 7, wobei im Abschlusskörper (7) ein oder mehrere optische Fenster (4) eingebracht sind.

- 9. Durchfluss-Messküvette nach einem der Ansprüche 1-8, wobei der Grundkörper (1) mit einer oder mehreren Temperiereinheiten (12) ausgestattet ist.
- 10. Durchfluss-Messküvette nach einem der Ansprüche 1-8, wobei der Grundkörper (1) einen oder mehrere Temperierkanäle (13) aufweist.
- 11. Verwendung einer Durchfluss-Messküvette nach einem der Ansprüche 1–10 zur Regelung und Überwachung physikalisch-chemischer und biotechnischer Prozesse.

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

Nummer: Int. Cl.<sup>7</sup>: Veröffentlichungstag: **DE 100 16 023 C2 G 01 N 21/05**30. Januar 2003

Fig. 1

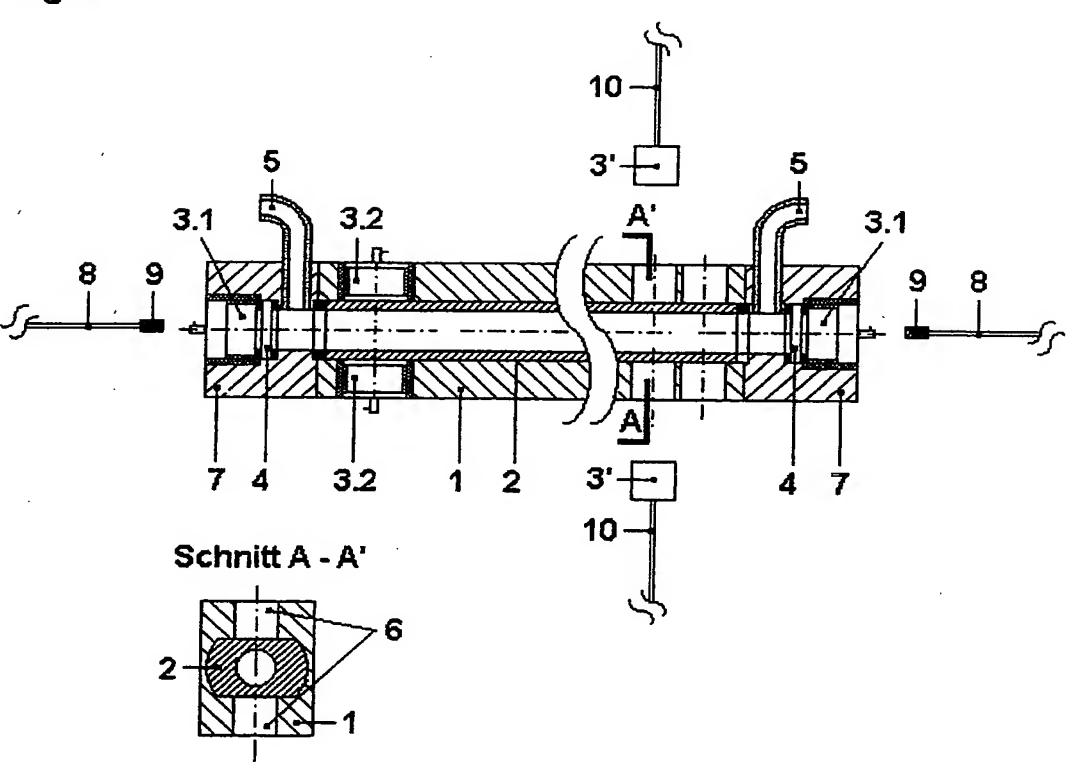


Fig. 2

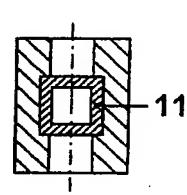


Fig. 3

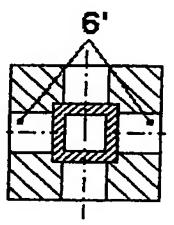


Fig. 4a

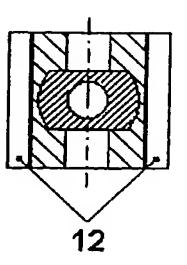
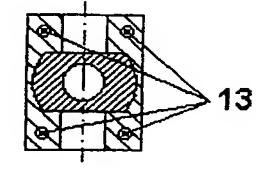


Fig. 4b



Nummer: Int. Cl.<sup>7</sup>: Veröffentlichungstag:

DE 100 16 023 C2 G 01 N 21/05 30. Januar 2003

Fig. 5

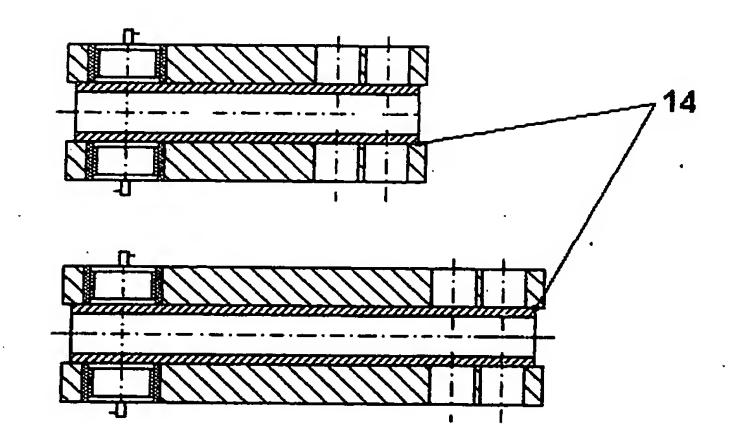


Fig. 6

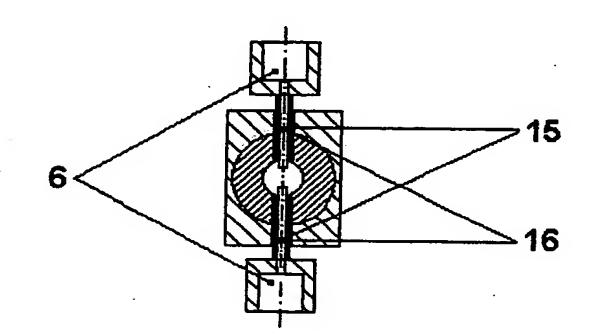
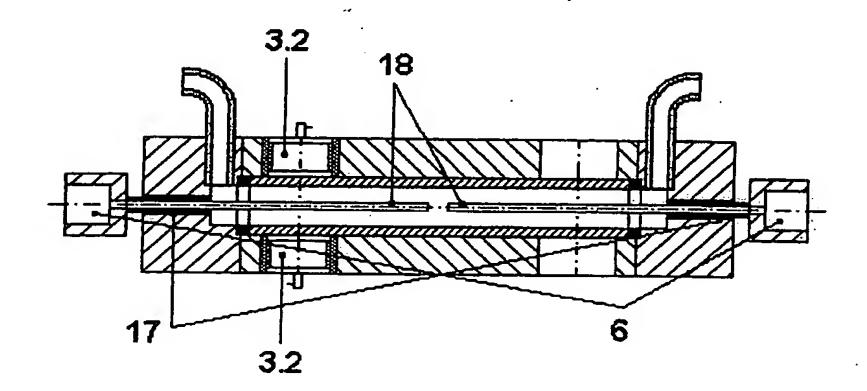


Fig. 7



Nummer: Int. Cl.<sup>7</sup>; Veröffentlichungstag:

**DE 100 16 023 C2 G 01 N 21/05**30. Januar 2003

Fig. 8

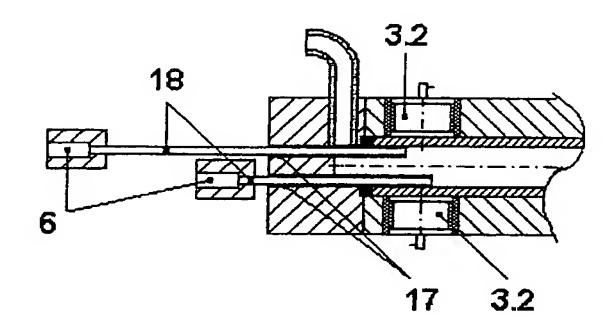
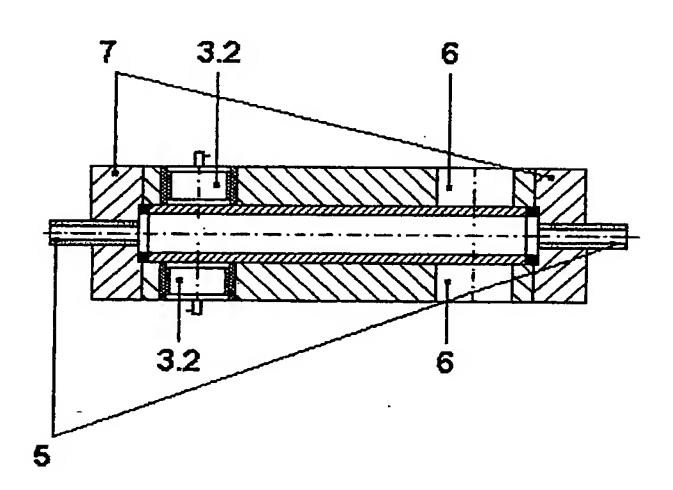


Fig. 9



# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

#### BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

□ BLACK BORDERS
□ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
□ FADED TEXT OR DRAWING
□ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
□ SKEWED/SLANTED IMAGES
□ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
□ GRAY SCALE DOCUMENTS
□ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
□ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
□ OTHER: \_\_\_\_\_

### IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

